

Sintesis Material Fotokatalis Strontium titanat (SrTiO_3) dengan Metode Hidrotermal pada Variasi Suhu

Mohamad Thoif, Anton Prasetyo*, & Nur Aini

Program Studi, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang,
Jalan Gajayana No 50 Malang Indonesia

*Corresponding author: anton@kim.uin-malang.ac.id

Article history

Received: 17th May, 2020

Received in revised form: 29th June, 2020

Accepted: 23rd August, 2020

DOI:

10.17977/um0260v4i12020p008

Kata-kata kunci:

Strontium titanat,
metode hidrotermal
morfologi partikel

Abstrak

SrTiO_3 adalah material berstruktur perovskite yang berpotensi digunakan dalam teknologi fotokatalis. Morfologi dan bentuk partikel dilaporkan mempengaruhi kinerja aktivitas fotokatalitiknya. Metode hidrotermal adalah salah satu metode yang dikenal dapat menghasilkan senyawa dengan morfologi yang khas. Dalam penelitian ini SrTiO_3 disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal pada variasi suhu: 150, 175, 200, dan 225 °C selama 24 jam. Dari data XRD diperoleh hasil bahwa senyawa SrTiO_3 berhasil disintesis pada suhu sintesis 150, 175, 200 dan 225 °C akan tetapi masih ditemukan fasa pengotor berupa TiO_2 . Morfologi partikel senyawa produk yang disintesis pada suhu 225 °C berbentuk kubus dan mempunyai ukuran yang paling besar dibandingkan sampel produk lainnya. Dari spektra DRS dapat diketahui bahwa nilai energi celah pita senyawa SrTiO_3 yang diperoleh pada rentang 3,14-3,20 eV.

Abstract

The perovskite compound SrTiO_3 has the potential to be used in photocatalyst technology. The morphology particle was reported to affect its photocatalytic activity. The hydrothermal synthesis method is one of the methods which can produce the typical morphology. In this research, SrTiO_3 was synthesized using the hydrothermal method with heating temperature variations of 150, 175, 200, and 225 °C at 24 hours. The XRD data showed that SrTiO_3 was successfully synthesized at a synthesis temperature of 150, 175, 200 and 225 °C, but there were found impurities (TiO_2). The morphology of SrTiO_3 which using temperature synthesized 225 °C is cubic shape and having the biggest size. The bandgap value of SrTiO_3 product was obtained at range 3,14-3,20 eV.

PENDAHULUAN

Bahan bakar fosil seperti minyak bumi berdasarkan sumbernya digolongkan sebagai bahan bakar yang tidak bisa diperbaharui, sehingga keberadaannya semakin menipis. Oleh karena itu, pencarian sumber-sumber energi alternatif menjadi gencar dilakukan. Salah satu sumber energi yang menjanjikan adalah hidrogen yang dapat diperoleh dari reaksi fotokimia *water splitting* (Joy, dkk., 2018). Pada teknologi fotokimia, material berbasis oksida semikonduktor seperti TiO_2 , material berstruktur perovskite, dan oksida besi dilaporkan berpeluang digunakan sebagai katalis reaksi fotokimia atau dikenal sebagai material fotokatalis (Gupta, N.M., 2017).

Strontium titanat (SrTiO_3) adalah salah satu oksida yang dilaporkan mempunyai potensi yang besar digunakan sebagai material fotokatalis dengan energi celah pita 3,14 eV (Bi, dkk., 2015). Metode sintesis SrTiO_3 yang banyak digunakan adalah metode reaksi keadaan padatan dengan perkursor SrCO_3 dan TiO_2 yang dikalsinasi pada suhu di atas 1000 °C selama beberapa jam (Liu, dkk., 2008). Metode ini membutuhkan kondisi reaksi yang ekstrim (suhu tinggi) dengan waktu sintesis yang lama. Ukuran partikel yang dihasilkan dengan metode ini adalah besar dan tidak seragam.

Morfologi (bentuk) partikel fotokatalis dilaporkan mempengaruhi aktivitas fotokatalitiknya. Oleh karenanya banyak pihak yang telah mengembangkan metode sintesis untuk

bisa mengontrol bentuk dan ukuran material fotokatalis (Ling, Y, dkk., dan Lai, X.Y., 2015). Metode yang telah dilaporkan berhasil mensintesis material oksida fotokatalis dengan morfologi dan bentuk yang unik adalah metode lelehan garam dan hidrotermal (Akdogan, dkk., (2006) dan Lai, X.Y., (2015)). Gao, dkk. (2018) menyatakan bahwa metode hidrotermal merupakan metode yang baik untuk menghasilkan senyawa SrTiO_3 dengan bentuk nanokubus. Metode hidrotermal mempunyai kelebihan dibandingkan dengan metode sintesis yang lain yaitu: (a) produk yang dihasilkan mempunyai kehomogenan dan kemurnian yang tinggi, (b) suhu sintesis yang rendah, (c) biaya yang murah, dan (d) dihasilkan struktur dengan defek (Gao, dkk., 2018). Parameter sintesis metode hidrotermal telah dilaporkan banyak pihak akan mempengaruhi hasil yang diperoleh. Hussain, dkk., (2019) menyatakan bahwa suhu mempengaruhi pertumbuhan morfologi dari suatu kristal.

Berdasarkan hal tersebut, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa SrTiO_3 dengan menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu pemanasan pada 150, 175, 200, dan 225 °C selama 24 jam. Sampel yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan menggunakan (a) instrumen teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk menentukan fasa yang terbentuk, (b) *scanning electron microscopy* (SEM) untuk memperoleh gambar morfologi dan bentuk sampel, dan (c) *ultraviolet-visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS) untuk menentukan energi celah pita.

METODE

Alat dan Bahan

Sintesis menggunakan autoklaf hidrotermal dengan precursor: isopropanol *p.a* (Merck), akuades, titanium (IV) isopropoksida (TTIP) (Sigma Aldrich) 97% (CAS 546-68-9), stronsium nitrat (Merck), dan natrium hidroksida.

Sintesis Material Fotokatalis SrTiO_3 Variasi Suhu Pemanasan Menggunakan Metode Hidrotermal

Sintesis SrTiO_3 dengan metode hidrotermal dilakukan dengan cara pencampuran perkusor 2,878 gram stronsium nitrat dan 4,03 mL titanium isopropoksida (TTIP) yang terlarut dalam 12,5 mL isopropanol dan 12,5 mL akuades pada pH 14. Pencapaian pH 14 dilakukan dengan penambahan NaOH berlebih kemudian dimasukkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan dengan variasi suhu 150 °C (SrTiO_3 -150), 175 °C (SrTiO_3 -175), 200 °C

(SrTiO_3 -200), dan 225 °C (SrTiO_3 -225) selama 24 jam. Kemudian sampel didinginkan, disaring selanjutnya dicuci dengan akuades dan isopropanol. Sampel diuapkan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 24 jam.

Karakterisasi Sampel Produk

Pengukuran XRD menggunakan difraktometer Panalytical X'pert Pro dengan sumber radiasi monokromator Cu-K α ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$), dengan rentang 2θ : 10-90 (°). Pengambilan gambar SEM menggunakan JEOL-JSM-6510L. Pengukuran dilakukan pada perbesaran 20.000 kali. Pengukuran UV-Vis DRS menggunakan Thermo Scientific Evolution 220. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang: 200-800 nm dan data yang diperoleh diolah dengan persamaan Kubelka-Munk (persamaan 1) untuk menentukan energi celah pita.

$$F(R'\infty) = \frac{(1-R'\infty)^2}{2R'\infty} = \frac{K}{s} \quad (1)$$

dengan:

$R'\infty$ = Reflektansi terukur

K = Koefisien absorpsi molar

s = Koefisien *scattering*

HASIL DAN PEMBAHASAN

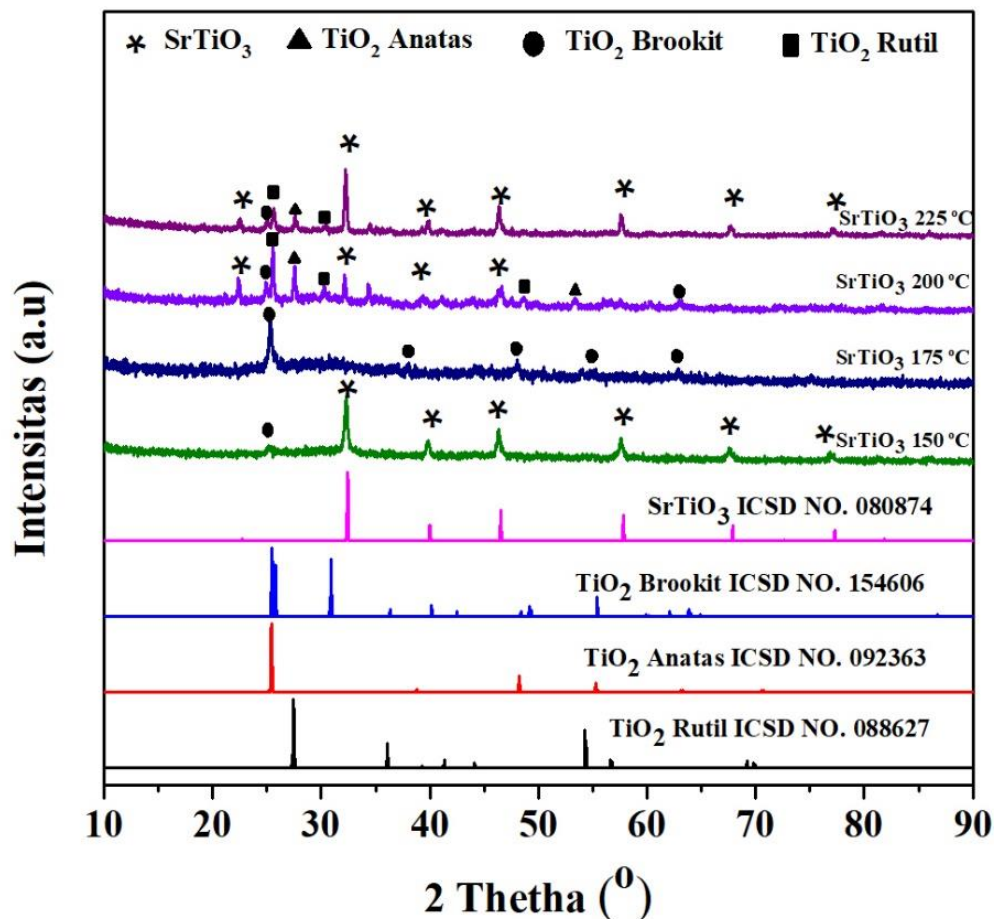
Difraktogram sampel produk SrTiO_3 ditampilkan pada Gambar 1 dan diketahui bahwa senyawa SrTiO_3 telah berhasil diperoleh pada suhu sintesis 150, 200 dan 225 °C. Keberadaan SrTiO_3 ditandai dengan munculnya pola puncak yang sesuai dengan standar ICSD No. 94573 (SrTiO_3). Puncak khas SrTiO_3 berada pada posisi 2θ (°): 32,29; 39,80; 46,30; 57,59; 67,61; 76,87. Selain itu juga teridentifikasi fasa pengotor yaitu (a) TiO_2 fasa anatas (2θ (°): 27,54; 53,46;), (b) TiO_2 fasa rutil (2θ (°): 32,29; 39,78; 46,30; 57,67; 67,61; 76,97) , dan (c) TiO_2 fasa brookit (2θ (°): 25,42; 27,93; 48; 55,10; 62,86). Sintesis pada suhu 150 °C menunjukkan pola puncak SrTiO_3 paling murni, dengan sedikit pengotor TiO_2 anatas. Terbentuknya fasa TiO_2 disebabkan karena ion Ti^{4+} dalam TTIP memiliki keasaman Lewis yang tinggi sehingga mudah mengalami hidrolisis, sehingga ketika bereaksi dengan pelarut maupun dengan udara yang lembab maka akan menghasilkan padatan putih $\text{Ti}(\text{OH})_4$. Pada kondisi basa, hidrolisis alkoksida Ti dapat membentuk zat antara $\text{Ti}(\text{OH})_6^{2-}$ akibat serangan nukleofilik dari ion OH^- , sehingga $\text{Ti}(\text{OH})_4$ dan $\text{Ti}(\text{OH})_6^{2-}$ dapat bereaksi dengan ion logam Sr membentuk SrTiO_3 dan atau membentuk fasa kristalin TiO_2 . Berdasarkan hal tersebut maka

produk samping reaksi yang mungkin adalah TiO_2 anatas, TiO_2 rutil, dan TiO_2 brookit.

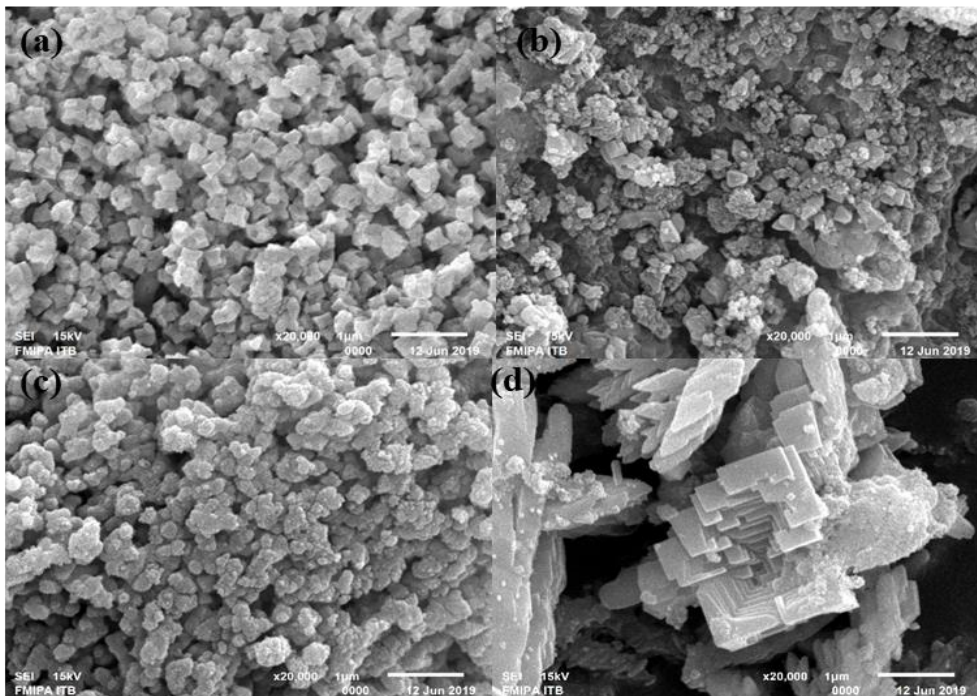
Mikrograph sampel SrTiO_3 hasil karakterisasi SEM ditampilkan pada Gambar 2. Morfologi partikel sampel SrTiO_3 -150, SrTiO_3 -175 dan SrTiO_3 -200 berbentuk poligonal dan mempunyai ukuran yang seragam, sedangkan morfologi partikel sampel SrTiO_3 -200 berbentuk kubus. Morfologi partikel ini sama seperti yang dilaporkan oleh Gao, dkk (2018). Pada suhu sintesis tertinggi (220°C) diperoleh hasil partikel dengan ukuran terbesar, hal ini dikarenakan semakin tinggi suhu maka kecepatan antar prekursor saling bereaksi semakin tinggi sehingga pembentukan inti kristal

dan pertumbuhan kristal semakin besar (Lai, dkk., 2015).

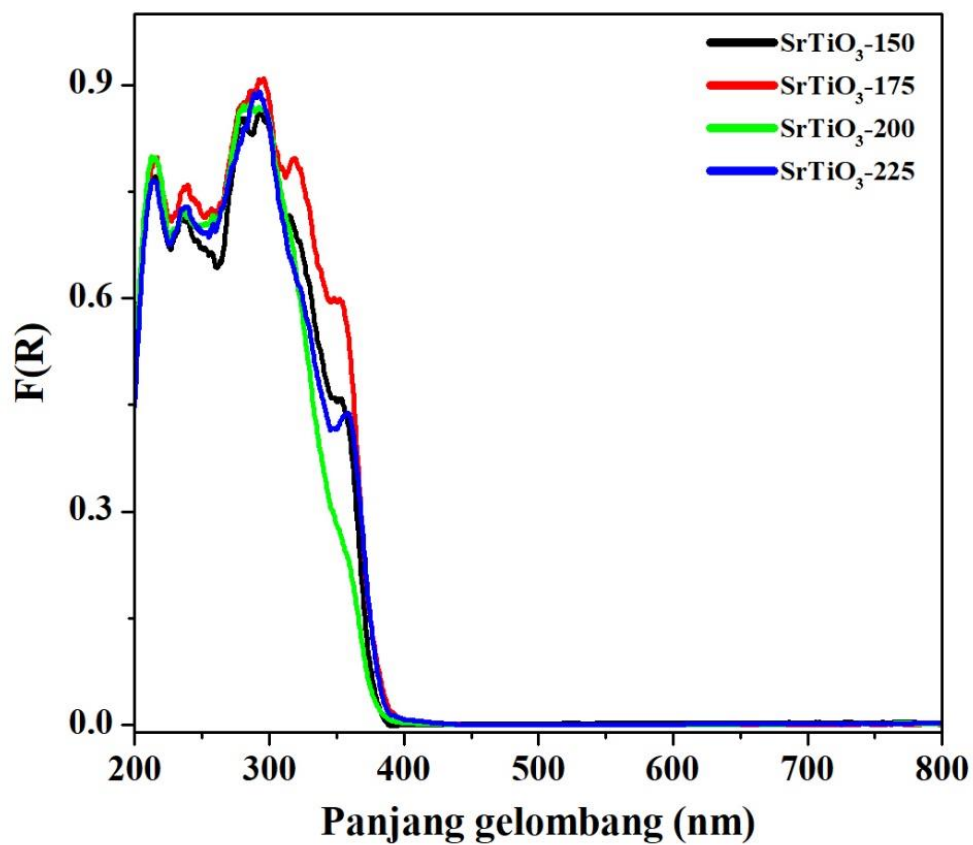
Spektra UV-Vis DRS hasil perhitungan dengan metode Kubelka-Munk ditampilkan pada Gambar 3 dan 4. Hasil nilai energi celah pita yang diperoleh dirangkum pada Tabel 1. Nilai energi celah pita yang diperoleh pada nilai kisaran 3,14-3,20 eV dan ini relatif sama dengan yang dilaporkan banyak peneliti terdahulu yaitu 3,14 eV (Bi, dkk., 2015). Adanya pengotor tidak menyebabkan perubahan yang signifikan pada nilai energi celah pita SrTiO_3 . Hal ini disebabkan nilai energi celah pita senyawa pengotor (TiO_2) relatif sama dengan nilai energi celah SrTiO_3



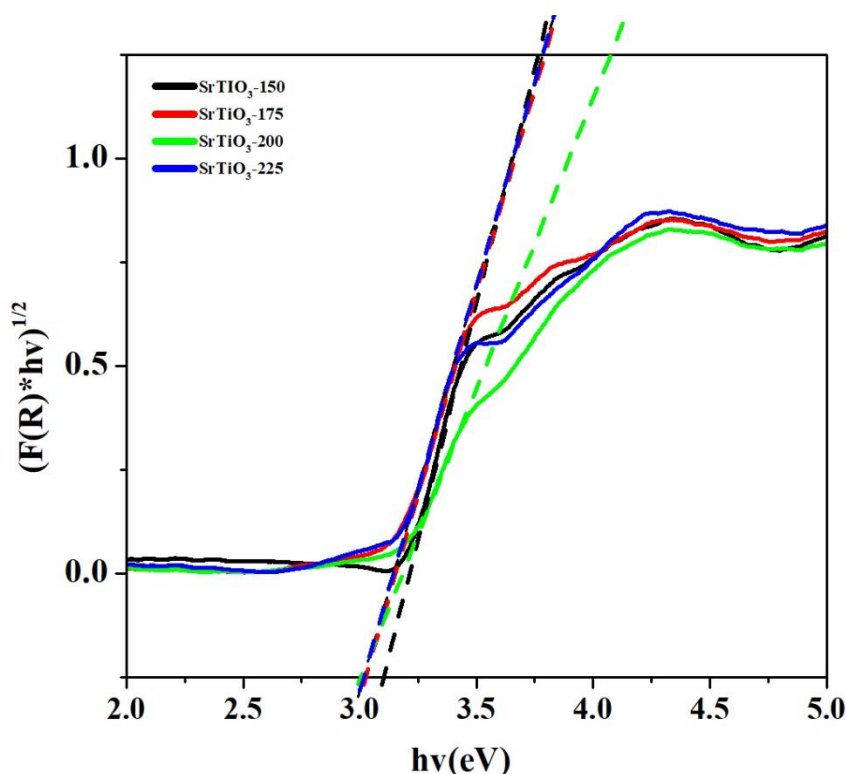
Gambar 1. Difraktogram Sampel Produk SrTiO_3



Gambar 2. Mikrograp (a) SrTiO_3 -150, (b) SrTiO_3 -175, (c) SrTiO_3 -200, dan (d) SrTiO_3 -225 °C



Gambar 3. Spektra UV-Vis DRS SrTiO_3



Gambar 4. Nilai Energi Celah Pita dengan Perhitungan Menggunakan Persamaan Kubelka-Munk

Tabel 1 Nilai energi celah pita SrTiO₃.

Suhu	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
SrTiO ₃ -150	3,20	387,5
SrTiO ₃ -175	3,17	391,0
SrTiO ₃ -200	3,16	392,5
SrTiO ₃ -225	3,14	395,0

KESIMPULAN

Senyawa SrTiO₃ berhasil diperoleh dengan metode hidrotermal pada suhu sintesis 150, 200, dan 225 °C. Suhu sintesis berpengaruh pada pertumbuhan kristal sehingga sintesis pada suhu tertinggi (225 °C) diperoleh material SrTiO₃

dengan bentuk kubus dengan ukuran terbesar. Senyawa dengan ukuran terbesar juga mempunyai nilai energi celah pita terendah sehingga mempunyai potensi yang terbaik digunakan sebagai material fotokatalis.

DAFTAR RUJUKAN

- Akdogan. E.K., Brennan, R.E., Allahverdi, M., & Safari, A., 2006, Effects of molten salt synthesis (MSS) parameters on the morphology of Sr₃Ti₂O₇ and SrTiO₃ seed crystals, *Journal of Electroceramics*, 16 hal. 159–165.
- Bi, Y, Ehsan, M.F., Huang, Y., Jin, J., & He, T., 2015, Synthesis of Cr-doped SrTiO₃ photocatalyst and its application in visible-

light-driven transformation of CO₂ into CH₄, *Journal of CO₂ Utilization*, hal 43-48

- Gao, H., Yang, H., & Wang, S., 2018, Hydrothermal synthesis, growth mechanism, optical properties and photocatalytic activity of cubic SrTiO₃ particles for the degradation of cationic and anionic dyes, *Optik - International Journal for Light and Electron Optics*, 175, 237-249
- Gupta, N.M., 2017, Factors affecting the efficiency of a water splitting photocatalyst: A perspective, *Renewable*

- and *Sustainable Energy Reviews*, 71, hal 585-601
- Hussain, S., Jacob, J., Riaz, N., Mahmood, K., Ali, A., Amin, N., Nabi, G., Isa, M., & Mahmood, M.H.R., 2019, Effect of growth temperature on catalyst free hydrothermal synthesis of crystalline SnO₂ micro-sheets, *Ceramics International*, 45, 3, hal 4053-4058
- Joy, J., Mathew, J., & George, S.C, 2018, Nanomaterials for photoelectrochemical water splitting e review, *International Journal of hydrogen energy*, 43 hal 4804-4817
- Lai, X.Y., Wang, C.R., Jin, Q., Yu, R.B., & Wang, D., 2015, Synthesis and photocatalytic activity of hierarchical flower-like SrTiO₃ nanostructure, *Science China Materials*, 58 hal. 192-197
- Ling, Y., Zhang, C., Wu, J., Xu, W., Qi, Y., He, P., Zhao, L., JGuan, Y., Zhang, Z., & Tian, Y., 2018, Enhanced photocatalytic activity of TiO₂ by micrometer-scale flower-like morphology for gaseous elemental mercury removal, *Catalysis Communications*, 116, hal. 91-95
- Liu, Y., Xie, L., Li, Y., Yang, R., Qu, J., Li, Y., & Li, X. 2008. Synthesis and high photocatalytic hydrogen production of SrTiO₃ nanoparticles from water splitting under UV irradiation. *Journal of Power Sources*, 183: 701–707.